

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-267819

(43)Date of publication of application : 17.10.1995

(51)Int.Cl.

A61K 7/02

A61K 7/00

(21)Application number : 06-084056

(71)Applicant : SHISEIDO CO LTD

(22)Date of filing : 30.03.1994

(72)Inventor : TAKAHASHI HIDEKI  
AIZAWA MASANORI  
NAGANUMA MASAYUKI

## (54) WATER IN OIL TYPE EMULSION COSMETIC

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a water in oil type emulsion cosmetic excellent in affinity to the skin when applied to the skin, free from stickiness and having a refreshing feeling in use.

CONSTITUTION: This water in oil type emulsion cosmetic contains a spherical powder of an organopolysiloxane elastomer having 1.0 to 15.0- $\mu\text{m}$ , preferably 1.0 to 10.0 $\mu\text{m}$  average particle diameter in an amount of 0.1 to 30.3wt.%, preferably 1.0 to 20.0wt.% based on the whole cosmetic. As the curable organopolysiloxane composition which is the raw material of the spherical powder, an addition reaction type substance is preferably used. A composition composed of (A) an organopolysiloxane having two or more lower alkenyl groups in one molecule, (B) an organopolysiloxane having two or more H atoms bonded to Si in one molecule and (C) a platinum-based catalyst is especially preferable. This cosmetic may contain a pigment powder other than the spherical powder of organopolysiloxane and the total mixture ratio is preferably 0.1 to 60.0wt.%, especially preferably 1.0 to 60.0wt.%.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 11.07.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 10.09.2002

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-267819

(43) 公開日 平成7年(1995)10月17日

(51) Int.Cl. <sup>9</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
A 6 1 K 7/02	M			
7/00	J			
	N			

審査請求 未請求 請求項の数 4 F D (全 6 頁)

(21) 出願番号	特願平6-84056	(71) 出願人	000001959 株式会社資生堂 東京都中央区銀座7丁目5番5号
(22) 出願日	平成6年(1994)3月30日	(72) 発明者	高橋 秀企 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第一リサーチセンター内
		(72) 発明者	相沢 正典 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第一リサーチセンター内
		(72) 発明者	長沼 政行 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株 式会社資生堂第一リサーチセンター内
		(74) 代理人	弁理士 館野 千恵子

(54) 【発明の名称】 油中水型乳化化粧料

(57) 【要約】

【目的】 肌に塗擦した時の肌なじみがよく、べたつきがなくてさっぱりとした使用感を有する油中水型乳化化粧料を提供する。

【構成】 平均粒子径1.0～15.0μmのオルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体を配合する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均粒子径1.0～15.0 $\mu\text{m}$ のオルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体を含有してなることを特徴とする油中水型乳化化粧料。

【請求項2】 平均粒子径1.0～15.0 $\mu\text{m}$ のオルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体の配合量が化粧料全量中の0.1～30.0重量%である請求項1記載の油中水型乳化化粧料。

【請求項3】 平均粒子径1.0～15.0 $\mu\text{m}$ のオルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体の配合量が化粧料全量中の1.0～20.0重量%である請求項2記載の油中水型乳化化粧料。

【請求項4】 平均粒子径1.0～15.0 $\mu\text{m}$ のオルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体を含む粉体全体の配合量が化粧料全量中の0.1～60.0重量%である請求項1～3のいずれかに記載の油中水型乳化化粧料。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は使用時の肌なじみが良く、さっぱりとしていてべたつきのない油中水型乳化化粧料に関する。

## 【0002】

【従来の技術および発明が解決しようとする課題】 従来、油中水型乳化化粧料は肌表面をオイル膜でカバーし水分蒸発を防ぐことから肌荒れなどに効果があり、また撥水性が有ることから化粧くずれを防ぐ効果があるので多く用いられている。しかしながら、従来の油中水型乳化化粧料は、油分を配合しているためにべたつきがあり、さらに使用時の肌へのなじみも悪いという欠点があった。一方、オルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体は、滑らかな塗擦感を有し、肌に違和感や刺激を与えることがない化粧料用粉体として近年開発され（特開平2-243612号公報、特公平4-17162号公報、特公平4-66446号公報）、その好ましい特性から種々の製品への応用が期待されてはいるものの、その開発は今後の課題として残されていたものであった。

## 【0003】

【課題を解決するための手段】 本発明者らはこのような事情に鑑み、油中水型乳化組成物においてべたつきのない使用感触に優れた油中水型乳化化粧料を得るべく鋭意研究の結果、平均粒子径1.0～15.0 $\mu\text{m}$ のオルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体を配合した油中水型乳化化粧料が、肌に塗布したときにべたつきがなく、さっぱりとした使用感を有していることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0004】 即ち本発明は、平均粒子径1.0～15.0 $\mu\text{m}$ のオルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体を含有してなることを特徴とする油中水型乳化化粧料である。

【0005】 以下に、本発明の構成について説明する。

本発明で使用される平均粒子径1.0～15.0 $\mu\text{m}$ のオルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体は、本発明の油中水型乳化化粧料の肌への塗擦感をなめらかにし、のびの軽さ、さっぱりさ、ソフト感といった使用性を向上させるために必要な成分である。

【0006】 オルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体の原料となる硬化性オルガノポリシロキサン組成物の種類は特に限定されるものでなく、けい素原子結合水素原子含有ジオルガノポリシロキサンとけい素原子結合ビニル基を有するオルガノポリシロキサンを白金系触媒存在下に付加反応により硬化する付加反応硬化型オルガノポリシロキサン組成物；分子鎖両末端に水酸基を有するジオルガノポリシロキサンとけい素原子結合水素原子を有するジオルガノポリシロキサンを有機錫化合物の存在下で脱水素反応させ硬化する縮合反応硬化型オルガノポリシロキサン組成物；分子鎖両末端に水酸基を有するジオルガノポリシロキサンと加水分解性のオルガノシラン類とを有機錫化合物ないしチタン酸エステル類の存在下に縮合反応させ硬化する縮合反応硬化型オルガノポリシロキサン組成物（ここで縮合反応として脱水、脱アルコール、脱オキシム、脱アミン、脱アミド、脱カルボン酸、脱ケトンが例示される。）；有機過酸化触媒により加熱硬化する過酸化触媒硬化型オルガノポリシロキサンエラストマー組成物； $\gamma$ 線、紫外線または電子照射により硬化する高エネルギー線硬化型オルガノポリシロキサン組成物が例示される。好ましくは、硬化速度が速いことや硬化の均一性に優れる点から付加反応硬化型オルガノポリシロキサン組成物である。この様な付加反応硬化型オルガノポリシロキサン組成物として特に好ましいのは、（A）1分子中に少なくとも2個の低級アルケニル基を有するオルガノポリシロキサン、（B）1分子中に少なくとも2個のけい素原子結合水素原子を有するオルガノポリシロキサン、および、（C）白金系触媒からなるものである。

【0007】 上述した硬化性オルガノポリシロキサン組成物の主剤となるオルガノポリシロキサンのけい素原子に結合する他の有機基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、オクチル基のようなアルキル基；2-フェニルエチル基、2-フェニルプロピル基、3,3,3-トリフルオロプロピル基のような置換アルキル基；フェニル基、トリル基、キシリル基のようなアリール基；エポキシ基、カルボン酸エステル基、メルカプト基などを有する置換一価炭化水素基が例示される。オルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体は、上述した付加反応硬化型、縮合反応型もしくは過酸化触媒硬化型オルガノポリシロキサン組成物を、ノニオン界面活性剤、アニオン界面活性剤、カチオン界面活性剤または両性界面活性剤のような界面活性剤の存在下で水と混合し、ホモミキサー、コロイドミル、ホモゲナイザー、プ

ロペラ型ミキサー等で均一に混合後、50℃以上の熱水中に放出し硬化させ乾燥させて得る方法；付加反応硬化型、縮合反応硬化型もしくは過酸化物硬化型オルガノポリシロキサン組成物を熱気流中に直接噴霧し硬化させて得る方法；エネルギー線硬化型オルガノポリシロキサン組成物を高エネルギー照射下で噴霧し硬化させて粉体を得る方法；付加反応硬化型、縮合反応硬化型、過酸化物硬化型もしくは高エネルギー硬化型オルガノポリシロキサン組成物を高エネルギー照射下で硬化させたものを、ボールミル、アトマイザー、ニーダー、ロールミルなどの公知の粉砕機により粉砕して粉体を得る方法等により得られる。粒子径の均一で小さな球形の粉体を得る点から、付加反応硬化型、縮合反応硬化型、過酸化物硬化型オルガノポリシロキサン組成物を、ノニオン界面活性剤、アニオン界面活性剤、カチオン界面活性剤または両性界面活性剤のような界面活性剤の存在下で水と混合し、ホモミキサー、コロイドミル、ホモゲナイザー、

プロペラ型ミキサー等で均一に混合後、50℃以上の熱水中に放出し硬化させ乾燥させて得る方法が好ましい。  
【0008】本成分の詳細は特公平4-66446号公報、特開平2-243612号公報および特公平4-17162号公報に記載されており、市販品としては、例えばトレフィルE-505C、トレフィルE-506C（東レ・ダウコーニング・シリコン株式会社製商品名）が挙げられる。本成分の平均粒子径は1.0～15.0μm、好ましくは1.0～10.0μmであることが本発明の油中水型乳化化粧料に滑らかさやソフト感、および健康的で自然な色彩感を付与するために必要である。1.0μm未満では滑らかさが低下し、15.0μmを超えるとざらつき感がある。

【0009】本発明において、オルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体の配合量は0.1～30.0重量%、好ましくは1.0～20.0重量%である。配合量が0.1重量%未満では使用性の改善効果が少なく、30.0重量%を超えるときしみ感がある。

【0010】また本発明では、オルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体の他に顔料の粉末を配合することができる。この場合に用いられる顔料粉末は通常化粧料で用いられるものであれば特に限定されず、無機顔料、有機顔料、金属顔料等、任意の顔料の粉末を配合することが

【0011】無機顔料としては、例えばタルク、カオリン、炭酸カルシウム、亜鉛華、二酸化チタン、赤酸化鉄、黄酸化鉄、黒酸化鉄、群青、チタンコーティッドマイカ、オキシ塩化ビスマス、ベンガラ、粘結顔料、グンジョウピンク、水酸化クロム、雲母チタン、酸化クロム、酸化アルミニウムコバルト、紺青、カーボンブラック、無水ケイ酸、ケイ酸マグネシウム、ベントナイト、マイカ、酸化ジルコニウム、酸化マグネシウム、酸化亜鉛、酸化チタン、軽質炭酸カルシウム、重質炭酸カルシ

ウム、軽質炭酸マグネシウム、重質炭酸マグネシウム、カラミン等が挙げられる。

【0012】本発明で用いる有機顔料としては、ポリエステル、メタクリル酸メチル樹脂、セルロース、1,2ナイロン、6ナイロン、スチレンとアクリル酸の共重合体、ポリプロピレン、塩化ビニル、ナイロンパウダー、ポリエチレンパウダー、ベンゾグアナミンパウダー、テトラフルオロエチレンパウダー、窒化ボロン、魚鱗箔、タール系色素をレーキ化したもの、天然色素をレーキ化したもの、および無機顔料と有機顔料を複合化した複合顔料などが挙げられる。

【0013】ここで顔料の粉末は、疎水化処理を施されたものが特に好ましい。疎水化処理の方法としては、高粘度シリコンによって表面を処理したもの、アルキルハイドロジェンポリシロキサンを反応させたシリコン樹脂で表面をコーティングしたもの、さらにこれをアルケン処理したもの、カチオン性活性剤、アニオン性活性剤、ノニオン性活性剤の1種または2種以上で処理したもの、ワックスで表面を被覆したもの、デキストリン脂肪酸処理したもの、パーフルオロアルキル基を有するフッ素処理したもの等が例示できるが、表面が疎水性になっていればよく特に限定されるものではない。

【0014】本発明の油中水型乳化化粧料におけるオルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体を含む粉体全体の配合量は化粧料全量中の0.1～60.0重量%であり、特に1.0～60.0重量%が好適である。

【0015】本発明の油中水型乳化化粧料を得るには、オルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体を含む粉体、油分および水を均一分散配合することにより得ることができる。

【0016】本発明に用いられる油分としては、例えば、ジメチルポリシロキサン、ジメチルシクロポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、メチルハイドロジェンポリシロキサン、高級脂肪酸変性オルガノポリシロキサン、高級アルコール変性オルガノポリシロキサン、トリメチルシロキシシリケート等のシリコン系オイル、流動パラフィン、スクワラン、ワセリン、ポリイソブチレン、マイクロクリスタリンワックス、イソプロピルミリスレート、ミリスチルオクチルドデカノール、ジー（2-エチルヘキシル）サクシネート、ジイソオクタン酸ネオペンチルグリコール、モノステアリン酸グリセリン、イソステアリン酸トリグリセリド、ヤシ油脂肪酸トリグリセリド、ヒマシ油、エタノール、オクチルドデカノール、ヘキサデシルアルコール、セチルアルコール、オレイルアルコール、ステアシルアルコール、ポリエチレングリコール、ラウリン酸、パルミチン酸、オレイン酸、ステアリン酸、イソステアリン酸、ラノリン、ミツロウ、オリーブ油のような炭化水素、エステル、グリセリド、低級アルコール、高級アルコール、多価アルコール、高級脂肪酸などが例示される。このよ

5

うな油分の合計量は、化粧料全量中の10.0～95.0重量%が好ましい。

【0017】本発明において用いられる内相を形成する水は、油中水型乳化化粧料全量中、5.0～80.0重量%である。

【0018】また本発明の油中水型乳化化粧料には本発明の効果を損なわない範囲で通常化粧料に用いられる成分を配合することができる。例えば水相成分として、多価アルコール、ムコ多糖類（ヒアルロン酸ナトリウム等）、有機酸および有機塩類（アミノ酸、アミノ酸塩、オキシ酸塩等）等の保湿剤、油相成分としてワセリン、ラノリン、シリコンワックス、高級脂肪酸、高級アルコール等の固型・半固型油分、スクワラン、流動パラフィン、エステル油、トリグリセライド、揮発性炭化水素油、フルオロカーボン等の流動油分、カチオン性界面活

#### 実施例1 エモリエントクリーム

	残部 (%)
(1) イオン交換水	10.0
(2) グリセリン	0.2
(3) メチルパラベン	20.0
(4) スクワラン	8.5
(5) セチルオクタノエート	1.0
(6) マイクロクリスタリンワックス	0.2
(7) ポリオキシエチレングリセロール トリイソステアリン酸エステル	適量
(8) 香料	1.3
(9) 有機変性粘土鉱物	10.0
(10) オルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体	

【0020】〔製法〕(3)～(9)を70℃に加熱溶解し、油相を調整する。この油相に(10)を均一に分散する。

(1)に(2)を加え、70℃に調整した水相を、先に調整した(10)を分散した油相に十分に攪拌しながら添加しホモ※

#### 実施例2 乳液

	残部 (%)
(1) イオン交換水	5.0
(2) 1, 3-ブチレングリコール	20.0
(3) 流動パラフィン	10.0
(4) スクワラン	2.0
(5) ミツロウ	4.0
(6) ソルビタンセスキオレイン酸エステル	1.0
(7) POE (20) ソルビタン モノオレイン酸エステル	適量
(8) 香料	0.1
(9) オルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体	

【0022】〔製法〕(1), (2)を70℃に加熱調整する。次に(3)～(8)を70℃に加熱溶解し、(9)を加え分散する。先に調整した水相を徐々に加え予備乳化した

#### 実施例3 油中水型乳化ファンデーション

	残部 (%)
(1) イオン交換水	15.0
(2) 95%エチルアルコール	3.0
(3) 1, 3-ブチレングリコール	0.1
(4) メチルパラベン	

6

\* 性剤、アニオン性界面活性剤、非イオン性界面活性剤等の界面活性剤、ビタミンE、ビタミンEアセテート等の薬剤、収れん剤、酸化防止剤、防腐剤、香料、第二リン酸ナトリウム等のpH調整剤、粘土鉱物、増粘剤、紫外線吸収剤等は、本発明の油中水型乳化メーキャップ化粧料に配合可能である。上記の配合可能成分のうち、多価アルコール、ムコ多糖類（ヒアルロン酸ナトリウム等）、有機酸および有機塩類（アミノ酸、アミノ酸塩、オキシ酸塩等）等の保湿効果の認められる成分を本発明の効果を損なわない範囲で配合することは水の揮発を抑制するため好ましい。

#### 【0019】

【実施例】以下に実施例を用いて本発明の効果を説明するが、それによって何等本発明の範囲を限定するものではない。なお、実施例中の%はすべて重量%を表す。

※ミキサーで均一に混合した後、30℃まで冷却して、エモリエントクリームを得た。

#### 【0021】

後、ホモミキサーで均一に混合した後、脱気、ろ過、冷却して乳液を得た。

#### 【0023】

- (5) ポリオキシアルキレン変性  
オルガノポリシロキサン 5.0  
(6) デカメチルシクロペンタシロキサン 20.0  
(7) 香料 適量  
(8) 疎水化処理粉末 (フッ素処理) 20.0  
(9) オルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体 3.0

【0024】【製法】(4)~(7)を40℃で溶解し、油相 \*均一に混合した後、油中水型乳化ファンデーションを得る。この油相に(8)、(9)を均一に分散し、そこ \*た。

へ(1)、(2)を十分攪拌しながら添加し、ホモミキサーで \* 【0025】

#### 実施例4 固形状油中水型乳化ファンデーション

- |                                 |        |
|---------------------------------|--------|
| (1) イオン交換水                      | 残部 (%) |
| (2) グリセリン                       | 5.0    |
| (3) メチルパラベン                     | 0.1    |
| (4) ポリオキシアルキレン変性<br>オルガノポリシロキサン | 5.0    |
| (5) デカメチルシクロペンタシロキサン            | 20.0   |
| (6) ジメチルポリシロキサン                 | 5.0    |
| (7) パラフィンワックス                   | 10.0   |
| (8) 疎水化処理粉末 (シリコーン処理)           | 30.0   |
| (9) オルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体       | 5.0    |

【0026】【製法】(3)~(7)を80℃に加熱溶解し、 ※皿に流し込み30℃まで冷却して、固形状油中水型乳化ファンデーションを得た。

この油相に(8)、(9)を均一に分散する。(1)、(2)を混合し

80℃に加熱した水相を、先に調整した油相に十分攪拌

しながら添加し、ホモミキサーで均一に混合した後、中※

#### 実施例5 化粧下地

- |                                 |        |
|---------------------------------|--------|
| (1) イオン交換水                      | 残部 (%) |
| (2) 1, 3-ブチレングリコール              | 3.0    |
| (3) メチルパラベン                     | 0.15   |
| (4) ポリオキシアルキレン変性<br>オルガノポリシロキサン | 3.0    |
| (5) デカメチルシクロペンタシロキサン            | 25.0   |
| (6) オクチルメトキシシナメート               | 5.0    |
| (7) ジメチルポリシロキサン                 | 10.0   |
| (8) オルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体       | 30.0   |

【0028】【製法】(3)~(7)を40℃で溶解し、そこへ(8)を均一に分散し油相をつくる。そこへ(1)、(2)を十分に攪拌しながら添加し、ホモミキサーで均一に混合し、脱気、ろ過をして化粧下地を得た。

#### 【0029】比較例1

実施例1におけるオルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体をイオン交換水で置換したほかは、実施例1と同様にしてエモリエントクリームを得た。

#### 【0030】比較例2

実施例2におけるオルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体をイオン交換水で置換したほかは、実施例2と同様にして乳液を得た。

#### 【0031】比較例3

実施例3におけるオルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体をイオン交換水で置換したほかは、実施例3と同様にして油中水型乳化ファンデーションを得た。

#### 【0032】比較例4

実施例4におけるオルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体をイオン交換水で置換したほかは、実施例4と同様にして固形状油中水型乳化ファンデーションを得た。

#### 【0033】比較例5

実施例5におけるオルガノポリシロキサンエラストマー球状粉体をイオン交換水で置換したほかは、実施例5と同様にして化粧下地を得た。

【0034】次に、実施例1~5および比較例1~5で得られた化粧料について、①肌なじみ、②さっぱりさ、③べたつき、および④化粧もちを評価した。評価は、10名に使用したときの次に示すような基準に基づいて行った。

◎：10人中8人以上が良好と評価したもの。

50 ○：10人中6~7人が良好と評価したもの。

△：10人中4～5人が良好と評価したもの。

\*【0035】

×：10人中3人以下が良好と評価したもの。

【表1】

上記の評価基準に基づく結果を表1に示す。

\*

試料	肌なじみ	さっぱりさ	べたつき	化粧もち
実施例1	○	○	◎	◎
実施例2	◎	○	◎	○
実施例3	◎	◎	◎	◎
実施例4	◎	◎	◎	◎
実施例5	○	◎	◎	◎
比較例1	△	×	×	△
比較例2	△	△	△	○
比較例3	○	△	△	◎
比較例4	○	○	△	○
比較例5	△	○	○	△

【0036】表1から明らかな如く、実施例品は比較例品に比べて、肌なじみが良く、さっぱりとしていてべたつきがなく、化粧もちのよいものであった。

【0037】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の油中水型乳化化粧料は肌に塗擦した時の肌なじみがよく、べたつきがなくてさっぱりとした使用感を有し、かつ化粧もちの良好なものである。